

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
Совета Министров СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 322042

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 15.07.69 (21) 1350453/23-4

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 15.02.76. Бюллетень № 6

Дата опубликования описания 18.05.76

(51) М. Кл.² С 07С 29/24

(53) УДК 547.26.66.067
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Р. Р. Авлянова, А. Л. Маркман, А. У. Умаров, Т. Т. Шакиров
и М. Р. И. Шамсутдинов

(71) Заявитель

Ордена Трудового Красного Знамени институт химии
растительных веществ АН Узбекской ССР

(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ ГОССИПОЛА

1

Изобретение относится к получению чистого госсипола, который используют в качестве антиоксиданта в синтезе некоторых препаратов, в частности аналитических реагентов. Он должен обладать высокой степенью чистоты.

Известно, что госсипол чистят осаждением его в форме госсиполуксусной кислоты с последующим гидролизом последней и пересаживанием полученного госсипола из диэтилового эфира петролейным эфиром.

Однако при этом способе приходится использовать огнеопасные растворители, необходимо многократное пересаживание и большие потери.

Предложенный способ является новым и полезным. Он основан на известном процессе адсорбции.

Способ состоит в том, что технический госсипол, содержащий не менее 60% госсипола, растворяют в четыреххлористом углероде, отфильтровывают нерастворившийся твердый осадок и пропускают через колонку, заполненную полиамидным адсорбентом.

Адсорбент можно регенерировать промывкой ацетоном и дихлорэтаном.

Пример 1. Технический госсипол с содержанием собственно госсипола не менее 60% и числом нейтрализации не более 260 мг КОН/г растворяют в четыреххлористом углероде. Нерастворимые в четыреххлористом

2

углероде вещества отделяют фильтрацией. Раствор технического госсипола очищают от примесей пропусканием через колонку с зернистым капроновым сорбентом. При этом все примеси, обычно сопровождающие госсипол (госсипурпурин, госсипротейны и другие связанные его формы) сорбируются на капроне, госсипол же лишь в малой мере задерживается в колонке. Выходящий из колонок раствор содержит чистый госсипол.

После насыщения сорбента примесями его промывают четыреххлористым углеродом до тех пор, пока элюат не перестанет давать качественной реакции на госсипол (реакция с серной кислотой). Элюат концентрируют в токе азота или углекислого газа до густой консистенции. Сгущенный элюат охлаждают и определяют фильтрацией выкристаллизовавшийся госсипол. Осадок кристаллического госсипола сушат до постоянного веса.

Предлагаемый способ имеет свои преимущества: исключается применение таких опасных растворителей, как диэтиловый эфир, увеличивается выход чистого госсипола, применяется весьма несложная установка для проведения метода в производственном масштабе.

Пример 2. Измельченный на микромельнице госсипол в количестве 500 г растворяют в 20—22 л четыреххлористого углерода. Не-

растворимую часть отделяют на вакуум-фильтре. Осадок на фильтре промывают до прозрачности раствора тремя литрами четыреххлористого углерода, 2%-ный раствор технического госсипола после удаления нерастворимых веществ подают в мерник. Из мерника раствор со скоростью 5 л/час пропускают через батарею из трех колонок, соединенных последовательно и содержащих по 4 кг жапронового сорбента в каждой.

Раствор, поступая в нижнюю часть первой колонки, движется последовательно через вторую и третью колонки. Из третьей колонки выходит прозрачный раствор с желтоватым оттенком, содержащий чистый госсипол.

После того, как сорбент в первой колонке по всей высоте окрасится примесями, содержащимися в госсиполе, пропускают через эту колонку вместо раствора технического госсипола несколько литров чистого растворителя (четырёххлористого углерода), а затем колонку отключают из батареи и ставят ее на регенерацию сорбента. Раствор технического госсипола далее подают на вторую колонку и т. д.

Раствор очищенного госсипола передают на циркуляционный вакуум-выпарной аппарат, где его концентрируют. Из 25 л элюата оставляют около 1,5 л гущенного раствора госсипола. После охлаждения сконцентрированного раствора в кристаллизаторе кристаллический госсипол отделяют от маточника на вакуум-фильтре, потом сушат в вакуум-сушильном шкафу. Выход целевого

продукта 350 г, т. е. 70% от содержания его в исходном, чистота 98—100% по феллинтовой жидкости, т. пл. 182°C.

Отогнанный в вакуум-выпарном аппарате 5 четыреххлористый углерод возвращают в мерник для повторного использования. Маточники после фильтрации направляют на повторную очистку.

После полного вытеснения госсипола из 10 первой колонки в нее подают ацетон из расчета 5 л на 1 кг сорбента и затем дихлорэтан в том же количестве для освобождения сорбента от балластных веществ до полного его осветления.

15 После полной обработки содержимого первой колонки (элюирования госсипола и регенерации сорбента) ее вновь вводят в работу в качестве третьей в ряду. Так же поступают со второй колонкой после полного извлечения госсипола из нее.

Формула изобретения

1. Способ очистки госсипола с применением адсорбции, отличающийся тем, что 25 технический госсипол, с содержанием госсипола не менее 60%, растворяют в четыреххлористом углероде, отделяют фильтрованием нерастворившийся твердый осадок и пропускают через колонку, заполненную полиамидным адсорбентом.

30 2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что адсорбент регенерируют промывкой ацетоном и дихлорэтаном.

Составитель Л. Крючкова

Редактор Т. Пилипенко

Техред З. Тараненко

Корректор Л. Котова

Заказ 913/3

Изд. № 1117

Тираж 575

Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета Совета Министров СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Сапунова, 2